

Practitioner's Docket No.: 782\_204

PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re the application of: Tomohiko SHIBATA, Yukinori NAKAMURA and  
Mitsuhiro TANAKA

Ser. No.: 10/010,945

Group Art Unit: 1763

Filed: December 6, 2001

Examiner: Not Assigned

Conf. No.: 5603



A METHOD FOR FABRICATING A III-V NITRIDE FILM AND AN  
APPARATUS FOR FABRICATING THE SAME

Box Missing Parts  
Assistant Commissioner for Patents  
Washington, DC 20231

I hereby certify that this correspondence is being deposited  
with the United States Postal Service as first class mail  
addressed to Box Missing Parts, Assistant Commissioner  
for Patents, Washington D.C. 20231 on May 2, 2002.

*Elizabeth A. VanAntwerp*  
Elizabeth A. VanAntwerp

SUBMISSION OF CERTIFIED COPIES OF PRIORITY DOCUMENTS

Sir:

The benefit of the filing dates of the following prior foreign applications filed in the  
following foreign country was requested by applicants on December 6, 2001 for the  
above-identified application:

<u>Country</u>	<u>Application Number</u>	<u>Filing Date</u>
Japan	2000-377,547	December 12, 2000
Japan	2001-340,945	November 6, 2001

In support of this claim, certified copies of the Japanese Applications are enclosed  
herewith.

Respectfully submitted,

May 2, 2002

Date

*Stephen P. Burr*  
Stephen P. Burr

Reg. No. 32,970

SPB/eav

BURR & BROWN  
P.O. Box 7068  
Syracuse, NY 13261-7068

Customer No.: 25191  
Telephone: (315) 233-8300  
Facsimile: (315) 233-8320

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

This is to certify that the annexed is a true copy  
of the following application as filed with this Office.

Date of Application : December 12, 2000

Application Number : Japanese Patent Application  
No. 2000-377547

Applicant(s) : NGK INSULATORS, LTD.

Certified on December 7, 2001

Commissioner,  
Patent Office Kozo OIKAWA (Sealed)

Certification No. 2001-3106633



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年12月12日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-377547

出 願 人

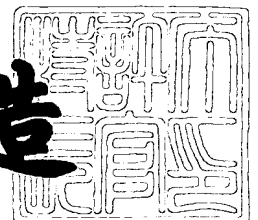
Applicant(s):

日本碍子株式会社

2001年12月 7日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3106633

【書類名】 特許願

【整理番号】 00P00529

【提出日】 平成12年12月12日

【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿

【国際特許分類】 H01L 21/20

【発明の名称】 I I I V族窒化物膜の製造方法および製造装置

【請求項の数】 12

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

    【氏名】 柴田 智彦

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

    【氏名】 中村 幸則

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

    【氏名】 田中 光浩

【特許出願人】

    【識別番号】 000004064

    【氏名又は名称】 日本碍子株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100072051

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 杉村 興作

【選任した代理人】

    【識別番号】 100059258

    【弁理士】

【氏名又は名称】 杉村 暁秀

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 074997

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9703804

【書類名】 明細書

【発明の名称】 IIIIV族窒化物膜の製造方法および製造装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 水平方向に配置された反応管の中央部にサセプタによって支持された基板を配置し、反応管の一端から反応管内に有機金属ガスおよびアンモニアガスを含む原料ガスをキャリアガスと共に導入し、有機金属ガスとアンモニアガスとの反応により生成される金属窒化物を、加熱されたサセプタによって支持された基板に堆積させて $Al_xGa_yIn_zN$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x \geq 0$ 、 $y \geq 0$ 、 $z \geq 0$ )膜をエピタキシャル成長させるに当たり、原料ガスと直接接触する反応管内壁の、少なくとも基板と対向する部分を直接冷却しながら成膜することを特徴とするIIIIV族窒化物膜の製造方法。

【請求項 2】 前記基板を支持するサセプタを反応管中央部の底部に表面が上向きとなるように配置し、反応管内壁の基板と対向する上部を冷却しながら基板上に $Al_xGa_yIn_zN$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x \geq 0$ 、 $y \geq 0$ 、 $z \geq 0$ )膜を成膜する事を特徴とする請求項 1 に記載のIIIIV族窒化物膜の製造方法。

【請求項 3】 前記反応管内に、多量のトリメチルアルミニウムガスとアンモニアガスとを含む原料ガスを導入してアルミリッチな $Al_xGa_yIn_zN$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x > 0.5$ 、 $y \geq 0$ 、 $z \geq 0$ )膜を成膜することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のIIIIV族窒化物膜の製造方法。

【請求項 4】 前記反応管内に、トリメチルアルミニウムガスとアンモニアガスとを含む原料ガスを導入してAlN膜を成膜することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のIIIIV族窒化物膜の製造方法。

【請求項 5】 前記 $Al_xGa_yIn_zN$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x \geq 0$ 、 $y \geq 0$ 、 $z \geq 0$ )膜を成長させる基板を、 $Al_2O_3$ 、SiC、 $NdGaO_3$ 、 $LiGaO_3$ 、ZnO、MgO、Si、GaAsまたは $MgAl_2O_4$ の単結晶基板とすることを特徴とする請求項 1 ～ 4 の何れかに記載のIIIIV族窒化物膜の製造方法。

【請求項 6】 MOCVD法によって基板上に $Al_xGa_yIn_zN$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x \geq 0$ 、 $y \geq 0$ 、 $z \geq 0$ )膜をエピタキシャル成長させる装置において、水平に配置された反応管と、この反応管の中央部の内部に表面が露出するように基板を支持するサセプタ

と、このサセプタを介して前記基板を加熱する加熱手段と、前記反応管内にその一端から有機金属ガスおよびアンモニアガスを含む原料ガスをキャリアガスと共に導入するガス導入手段と、原料ガスと直接接触する反応管の内壁の、少なくとも前記基板と対向する部分を直接冷却する冷却手段とを具え、有機金属ガスとアンモニアガスとの反応により生成される金属窒化物を、サセプタを介して加熱された基板に堆積させて $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x \geq 0$ 、 $y \geq 0$ 、 $z \geq 0$ )膜をエピタキシャル成長させることを特徴とするIIIV族窒化物膜の製造装置。

【請求項 7】前記冷却手段によって、反応管内壁の基板と対向する部分と、原料ガスの流れ方向に見て基板の上流側の部分とを冷却するように構成したことを特徴とする請求項 6 に記載のIIIV族窒化物膜の製造装置。

【請求項 8】前記反応管の、前記冷却手段によって冷却される部分を金属を以って形成し、反応管の他の部分を石英を以って形成したことを特徴とする請求項 6 または 7 に記載のIIIV族窒化物膜の製造装置。

【請求項 9】前記反応管の前記冷却手段によって冷却される部分をステンレス鋼を以って形成したことを特徴とする請求項 8 に記載のIIIV族窒化物膜の製造装置。

【請求項 10】前記冷却手段に、原料ガスと直接接触する反応管壁の一部分と直接接触するかまたはこの一部分を形成する冷却ジャケットと、この冷却ジャケットを経て冷却媒体を循環させるポンプと、この冷却媒体の温度を所定の低い温度に維持する冷却媒体温度制御装置とを設けたことを特徴とする請求項 6 ～ 9 の何れかに記載のIIIV族窒化物膜の製造装置。

【請求項 11】前記冷却手段を設けた反応管のほぼ全体をハウジングで囲み、このハウジングの外側に第 2 の冷却手段を設けたことを特徴とする請求項 6 ～ 10 の何れかに記載のIIIV族窒化物膜の製造装置。

【請求項 12】前記反応管全体をステンレス鋼で形成し、その大部分を冷却手段によって冷却するように構成したことを特徴とする請求項 6 に記載のIIIV族窒化物膜の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、基板の上に、有機金属ガスの気相エピタキシャル (Metal Organic Chemical Vapor Deposition:MOCVD) 法によってIIIIV族窒化物膜、特に $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜をエピタキシャル成長させる方法およびこのような方法を実施するための装置に関するものである。

#### 【0002】

【従来の技術】発光ダイオード、レーザダイオード、フォトダイオードなどのオプトエレクトロニクスデバイスにおいては、例えばサファイア基板より成る基板の上にIIIIV族窒化物膜、特に $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜をエピタキシャル成長させることが提案されている。この $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜のエピタキシャル成長プロセスとしては、従来よりMOCVD(Metal Organic Chemical Vapor Deposition)法が知られており、最近では塩化物気相エピタキシャル (Hydride Vapor Phase Epitaxy:HVPE) 法も提案されている。

【0003】HVPE法でGaN膜を成膜する場合には、表面にGaN薄膜を形成したサファイア基板を内部に保持した反応管内にガリウム金属を装填し、反応管に塩酸ガスを導入して塩化ガリウムガスを生成させ、これにアンモニアガスを反応させて窒化ガリウムを堆積させるようにしている。このHVPE法は、MOCVD法に比べて成膜速度が高いという特長がある。例えば、MOCVD法によってGaN膜をエピタキシャル成長させる際の典型的な成膜速度は毎時数 $\mu\text{m}$ であるが、HVPE法でGaN膜をエピタキシャル成長させる場合の典型的な成膜速度は毎時数百 $\mu\text{m}$ である。したがって、HVPE法は、特に膜厚の大きなIIIIV族窒化物膜を形成する場合に有利に利用できるものである。

【0004】しかしながら、HVPE法では、良好な特性を有する $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜が得られにくいと共に基板内での膜厚の変動が比較的に大きくなるという問題がある。

【0005】また、MOCVD法で $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜を成膜する場合には、加熱装置によって所定の温度に加熱されたサセプタ上に載置された基板を反応管内に保持し、この反応管に、トリメチルアルミニウムガス



、トリメチルガリウムガスまたはトリメチルインジウムガスまたはこれらの有機金属ガスの2種以上の混合ガスと、アンモニアとを、水素や窒素のようなキャリアガスと一緒に導入し、有機金属とアンモニアとの反応によって $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )で表わされる膜、すなわちアルミニウム窒化膜、ガリウム窒化膜、インジウム窒化膜或いはアルミニウム-ガリウム窒化膜、アルミニウム-インジウム窒化膜、ガリウム-インジウム窒化膜を基板上に堆積させるようにしている。

#### 【0006】

【発明が解決すべき課題】 上述したようにMOCVD法によって $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜を成膜する従来の方法において、反応管内で有機金属ガスの気相反応が起こると、成膜効率が低下し、成膜速度が非常に低くなってしまうので、反応管内部を冷却する必要がある。一般に反応管は、製作の容易性およびコストの点で石英で造られているが、その形状は相当複雑であるので、この石英製の反応管に冷却装置を直接取り付けることは困難である。そこで従来は、石英製の反応管の外側をステンレス鋼より成る外管で覆い、このステンレス鋼外管に冷却装置を取り付けるようにしている。

【0007】 しかしながら、このように石英製の反応管の外側を覆うステンレス鋼より成る外管に冷却装置を取り付けた従来の製造装置では、反応管は間接的にしか冷却されないので、十分な冷却効果が得られないという問題がある。特に、 $\text{AlN}$ 膜やアルミリッチな $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x>0.5$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜を成膜する場合、 $\text{GaN}$ 膜やアルミプアな $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $0\leq x<0.5$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜に比べて効率よく成膜することができないことを確かめた。その理由を種々検討した結果、 $\text{AlN}$ 膜やアルミリッチな $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x>0.5$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜を成膜する際に多量に使用されるトリメチルアルミニウムガスとアンモニアは高温にさらされると、気相反応は激しくなり、 $\text{AlN}$ 膜やアルミリッチな $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x>0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜の成膜が阻害されてしまうためであることを確かめた。

【0008】 さらに、基板を支持するサセプタを反応管の下側に配置し、基板を上向きにして $\text{AlN}$ 膜やアルミリッチな $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x>0.5$ 、 $y\geq 0$ 、

$z \geq 0$ ) 膜を成膜する場合には、反応管の基板と対向する部分の壁の温度が高いと、その部分にアルミニウム窒化物が堆積され、この堆積されたアルミニウム窒化物が基板上に落下するようになるので、良好な特性を有する AlN 膜やアルミリッチな  $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$  (ただし  $x+y+z=1$ ,  $x > 0.5$ ,  $y \geq 0$ ,  $z \geq 0$ ) 膜を成膜することができないことも確かめた。

【0009】 MOCVD 法で  $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$  (ただし  $x+y+z=1$ ,  $x \geq 0$ ,  $y \geq 0$ ,  $z \geq 0$ ) 膜をエピタキシャル成長させる場合に、上述したように原料ガスの温度が上昇して気相反応が引き起こされるのを防止したり、原料ガスが高温に加熱された反応管の内壁と接触してそこに堆積されるのを防止するための手段が、特開平 10-167883 号公報、同 10-67884 号公報および同 10-100726 号公報に開示されている。前者の 2 つの公報に記載されたものは、原料ガスを反応管に導入するためのノズルの部分を冷却する装置を設けて原料ガスの温度を低下させようとするものであり、後者の公報に記載されたものは、反応管の、基板を支持するサセプタの上流部分に冷却装置を設けて、基板表面に達する原料ガスの温度を低下させようとするものである。

【0010】 これらの冷却装置を設けることによって、反応管内の原料ガスの温度が多少低くなり、成膜を改善することができるが、AlN 膜やアルミリッチな  $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$  (ただし  $x+y+z=1$ ,  $x > 0.5$ ,  $y \geq 0$ ,  $z \geq 0$ ) 膜を成膜する場合には、依然として十分な成膜速度が得られない。また、基板の直ぐ上流側の反応管部分以外の内壁の温度を低下させる効果は殆どなく、基板と対向する反応管内壁に堆積された窒化物が基板上に落下して膜の特性を劣化させるという問題は解消されていない。

【0011】 さらに、従来の方法では、基板上に成膜された  $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$  (ただし  $x+y+z=1$ ,  $x \geq 0$ ,  $y \geq 0$ ,  $z \geq 0$ ) 膜の、基板内の膜厚の変動が大きいという問題がある。特に、製造コストを下げるために、基板として直径の大きなウエファ、例えば 3 インチウエファが使用されるようになって来たが、このように大きなウエファを使用する場合には、ウエファ内の膜厚の変動は一層大きなものとなる。

【0012】 また、反応管を垂直に配置し、その内部に基板を水平に保持し、反応管の上部から原料ガスをキャリアガスと共に導入して IIIIV 族窒化物膜を成膜す

る装置において、原料ガスおよびキャリアガスを導入するノズルを冷却するようにしたものは知られているが、このような縦型の反応管を用いる場合には、ノズル内部で反応が起こり、ノズル詰まりが発生するという問題がある。

【0013】本発明の目的は、上述した従来の問題点を解決し、MOCVD法によって特性が良好な $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜を高い成膜速度で効率よく、しかも基板内膜厚の変動を抑えてエピタキシャル成長させることができるIIIIV族窒化物膜の製造方法を提供しようとするものである。

【0014】本発明の他の目的は、MOCVD法によって特性が良好な $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜を効率良く、基板内膜厚の変動を抑えてエピタキシャル成長させることができ、しかも反応管を水平に配置した横型のIIIIV族窒化物膜の製造装置を提供しようとするものである。

【0015】

【課題を解決するための手段】

本発明によるIIIIV族窒化物膜の製造方法は、水平方向に配置された反応管の中央部にサセプタによって支持された基板を配置し、反応管の一端から反応管内に有機金属ガスおよびアンモニアガスを含む原料ガスをキャリアガスと共に導入し、有機金属ガスとアンモニアガスとの反応により生成される金属窒化物を、加熱されたサセプタによって支持された基板に堆積させて $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜をエピタキシャル成長させるに当たり、原料ガスと直接接触する反応管内壁の、少なくとも基板と対向する部分を直接冷却しながら成膜することを特徴とするものである。

【0016】このような本発明によるIIIIV族窒化物膜の製造方法を実施する場合には、サセプタを反応管中央部の底部にその表面が上を向くように配置し、その上に支持された基板の上に $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜を成膜するのが好適であるが、サセプタを反応管中央部の上部にその表面が下を向くように配置し、基板の下向きの表面に $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x\geq 0$ 、 $y\geq 0$ 、 $z\geq 0$ )膜を成膜することもできる。

【0017】本発明によるIIIIV族窒化物膜の製造方法の好適な実施例においては、多量のトリメチルアルミニウムガスとアンモニアガスとを含む原料ガスを反応

管内に導入してアルミリッチな $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ ,  $x>0.5$ ,  $y\geq 0$ ,  $z\geq 0$ )膜を成膜したり、トリメチルアルミニウムガスとアンモニアガスとを含む原料ガスを反応管内に導入して $\text{AlN}$ 膜を成膜することができる。このようにして特性が良好であると共に基板内膜厚変動の少ないアルミリッチな $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ ,  $x>0.5$ ,  $y\geq 0$ ,  $z\geq 0$ )膜や $\text{AlN}$ 膜をきわめて高い成膜速度で効率よく製造することができる。

【0018】また、本発明によるIIIV族窒化物膜の製造方法において、 $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ ,  $x\geq 0$ ,  $y\geq 0$ ,  $z\geq 0$ )膜を成長させる基板は、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{NdGaO}_3$ ,  $\text{LiGaO}_3$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{MgO}$ または $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ の単結晶基板とするか、サファイア基板本体の表面に $\text{ZnO}$ 膜をエピタキシャル成長させた基板とすることができる。

【0019】さらに、本発明は、MOCVD法によって基板上に $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ ,  $x\geq 0$ ,  $y\geq 0$ ,  $z\geq 0$ )膜をエピタキシャル成長させる装置において、水平に配置された反応管と、この反応管の中央部の内部に曝されるように基板を支持するサセプタと、このサセプタを介して前記基板を加熱する加熱手段と、前記反応管内にその一端から有機金属ガスおよびアンモニアガスを含む原料ガスをキャリアガスと共に導入するガス導入手段と、原料ガスと直接接触する反応管の内壁の、少なくとも前記基板と対向する部分を直接冷却する冷却手段とを具え、有機金属ガスとアンモニアガスとの反応により生成される金属窒化物を、サセプタを介して加熱された基板に堆積させて $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ ,  $x\geq 0$ ,  $y\geq 0$ ,  $z\geq 0$ )膜をエピタキシャル成長させることを特徴とするものである。

【0020】本発明によるIIIV族窒化物膜の製造装置の好適な実施例においては、前記冷却手段によって、反応管内壁の基板と対向する部分と、原料ガスの流れ方向に見て基板の上流側の部分との双方を冷却するように構成する。この場合、反応管の、基板と対向する部分を冷却するための冷却ジャケットと、基板の上流側の部分を冷却する冷却ジャケットとは別個に設けることができる。これらの冷却ジャケットは、それぞれステンレス鋼で形成することができる。したがって、この場合には、反応管は、2つのステンレス鋼製冷却ジャケットと、石英よりなるその他の部分との複合構造となるが、このような複合構造とすることによって反応管全体を石英で形成する場合に比べて、製造装置を容易にかつ低コストで製

造することができる。

【0021】また、本発明によるIIIV族窒化物膜の製造装置の好適な実施例においては、前記冷却手段に、原料ガスと直接接触する反応管壁の一部分と直接接触するかまたはこの一部分を形成する冷却ジャケットと、この冷却ジャケットを経て冷却媒体を循環させるポンプと、この冷却媒体の温度を所定の低い温度に維持する冷却媒体温度制御装置とを設ける。また、このような冷却手段の冷却媒体としては水を用いることができる。

【0022】本発明によるIIIV族窒化物膜の製造装置の他の好適な実施例においては、前記冷却手段を設けた反応管のほぼ全体をハウジングで囲み、このハウジングの外側に第2の冷却手段を設ける。このように構成することにより、反応管全体を効率よく冷却することができる。

【0023】本発明によるIIIV族窒化物膜の製造装置のさらに他の好適な実施例においては、前記反応管全体をステンレス鋼で形成し、その大部分を冷却手段によって直接冷却するように構成する。このような構成とすることによりIIIV族窒化物膜の製造装置製造は一層容易となると共に製造コストも一層低減することになる。

【0024】

【発明の実施の形態】図1は、サファイア基板の上にAlN膜を成膜する本発明によるIIIV族窒化物膜の製造方法を実施する製造装置の第1の実施例の構成を示す線図的な断面図である。本例においては、水平に配置される反応管11の全体を石英で形成する。この反応管11の中央部の底部には、サファイア基板12を、その表面が上向きとなるように水平に保持するサセプタ13と、このサセプタを介してサファイア基板を所定の温度に加熱する加熱装置14とを配置する。このようにして、本例では、サファイア基板12を水平方向上向きに保持しているが、本発明では基板を水平方向下向きに保持しても良い。

【0025】反応管11の右端には、反応管内に原料ガスおよびキャリアガスを導入するためのガス導入管を設ける。すなわち、トリメチルアルミニウムガスを水素ガスと共に導入する第1の導入管15と、アンモニアガスを導入する第2の導入管16と、水素または窒素より成るキャリアガスを導入する第3の導入管1

7 とを設ける。第 1 および第 2 の導入管 1 5 および 1 6 によって導入されたトリメチルアルミニウムガスと、アンモニアガスとはそれぞれ別個のガイド管 1 8 および 1 9 によって反応管 1 1 の中央部まで案内され、サファイア基板 1 1 から離れた場所でこれらのガスが反応しないようにしている。

【0 0 2 6】石英より成る反応管 1 1 の中央部の外周面には、サファイア基板 1 1 と対向する部分にステンレス鋼で形成された冷却ジャケット 2 0 を設ける。この冷却ジャケット 2 0 の一端を、冷却媒体を所定の低温度に維持する第 1 の冷却媒体温度制御装置 2 1 およびポンプ 2 2 を経て冷却ジャケット 2 0 の他端に連結する。本例では、この冷却媒体を水とするが、他の冷却媒体を用いることもできる。また、反応管 1 1 の左端には排気ダクト 2 3 が設けられ、これを経由して排気系へ連通される。

【0 0 2 7】サファイア基板 1 2 は、加熱装置 1 4 によってほぼ  $1000^{\circ}\text{C}$  の温度に加熱されると共に、冷却ジャケット 2 0 を経て低温に維持された冷却媒体を循環させることにより、反応管 1 1 の内部の温度を下げると共に原料ガスと直接接触する反応管内壁の温度、特にサファイア基板 1 1 と対向する反応管中央部の上部の温度を下げるができる。したがって、トリメチルアルミニウムガスとアンモニアガスとの気相反応が有効に抑えられ、サファイア基板 1 2 の上に窒化アルミニウムが有効に堆積され、AlN 膜を高い成膜速度で形成することができると共に、サファイア基板と対向する反応管内壁に窒化アルミニウムが堆積することがなくなるので、サファイア基板上に成膜される AlN 膜は特性の優れたものとなる。

【0 0 2 8】図 2 は本発明による IIIIV 族窒化物膜の製造装置の第 2 の実施例の構成を示す断面図である。本例において前例と同様の部分には図 1 に示した符号を付けて示した。本例では、水平に配置される反応管 1 1 を石英で形成し、その中央部には、サファイア基板 1 2 を、その表面が上向きとなるように水平に保持するサセプタ 1 3 と、このサセプタを介してサファイア基板を所定の温度に加熱する加熱装置 1 4 とを配置し、サセプタ 1 3 と対向する上部にはステンレス鋼で形成された第 1 の冷却ジャケット 2 0 を配置する。

【0 0 2 9】反応管 1 1 の右端には、トリメチルアルミニウムガスを水素ガスと

共に導入する第1の導入管15と、アンモニアガスを導入する第2の導入管16と、水素または窒素より成るキャリアガスを導入する第3の導入管17とを設け、第1および第2の導入管15および16によって導入されたトリメチルアルミニウムガスと、アンモニアガスとはそれぞれ別個のガイド管18および19によって反応管11の中央部まで案内するように構成する。

【0030】本例では、反応管11の、ガスの流れ方向に見てサファイア基板11の、上流側を冷却するための第2の冷却ジャケット30を設ける。第1の冷却ジャケット20の一端を、冷却媒体を所定の低温度に維持する第1の冷却媒体温度制御装置21および第1のポンプ22を経て第1の冷却ジャケット20の他端に連結する。同様に、第2の冷却ジャケット30の一端を第2の媒体冷却装置31および第2のポンプ32を経て第2の冷却ジャケット30の他端に連結する。本例では、第1および第2の冷却ジャケット20および30に対してそれぞれ第1および第2の媒体冷却装置21および31と、第1および第2のポンプ22および32を別個に設けたが、これらの媒体冷却装置およびポンプを共通とすることもできる。

【0031】本実施例においては、第1および第2の冷却ジャケット20および30を経て低温に維持された冷却媒体を循環させることにより、反応管11の内部の温度を下げると共に原料ガスと直接接触する反応管内壁の、サファイア基板11と対向する部分およびガスの流れ方向に見て基板の上流側の部分の温度を下げることができるので、トリメチルアルミニウムガスとアンモニアガスとの気相反応が有効に抑えられ、サファイア基板12の上に高い成膜速度でAlN膜を形成することができると共に、サファイア基板と対向する反応管内壁に窒化アルミニウムが堆積することがなくなるので、サファイア基板上に成膜されるAlN膜は特性の優れたものとなる。

【0032】図3は本発明によるIIIV族窒化物膜の製造装置の第3の実施例の構成を線図的に示す断面図である。本例は、図2に示した第2の実施例に加えて、反応管11のほぼ全体を覆うハウジングを設け、このハウジングの外周面に冷却装置を設けて、反応管11の内部を一層有効に冷却するようにしたものであり、図2に示した部分と同じ部分には同じ符号を付けて示し、その詳細な説明は省略

する。さらに、図1の構造に同様なハウジングを設けることも可能である。

【0033】本例においては、石英より成る反応管11のほぼ全体を囲む石英より成るハウジング40を設け、このハウジングの外側には、反応管11のガス導入側の部分を囲むように第3の水冷ジャケット41を設け、反応管の中央部の第1の水冷ジャケット20の上方に第4の水冷ジャケット42を設け、反応管のガス排出側の部分を囲むように第5の水冷ジャケット43を設け、これら第3～第5の水冷ジャケットを経て冷却水をそれぞれ循環させる。第3および第5の水冷ジャケット41および43はハウジング40を囲むように設ける。なお、図3においては、図面を簡明とするために、第1～第5の冷却ジャケット20、30、41～43に温度制御された冷却水を循環させるためのポンプおよび冷却媒体温度制御装置は省略したが、冷却水の循環を矢印で示した。また、反応管11とハウジング40との間には、ガス導入管44からキャリアガスである水素または窒素を流すようにする。

【0034】図4は、本発明によるIIIV族窒化物膜の製造装置の第4の実施例の構成を線図的に示す断面図である。上述した第1の実施例では、原料ガスと直接接触する反応管の内壁の内、基板11と対向する部分を冷却ジャケット20によって直接冷却するようにし、第2および第3の実施例においては、それに加えてガスの流れ方向に見て、基板の上流側の部分を第2の冷却ジャケット30で直接冷却するように構成したが、本例では反応管の内壁のほぼ全体を直接冷却するように構成したものである。

【0035】すなわち、石英より成る反応管11のほぼ上半分を覆うように第1の冷却ジャケット51を設けると共に、サセプタ13および加熱装置14の部分を除いたほぼ下半分を覆うように第2の冷却ジャケット52を設け、反応管のほぼ全体を冷却ジャケットで覆うようにする。第1の冷却ジャケット51の一端を第1の冷却媒体温度制御装置53および第1のポンプ54を経て第1の冷却ジャケットの他端に連結し、第2の冷却ジャケット52の一端を第2の冷却媒体温度制御装置55および第2のポンプ56を経て第2の冷却ジャケットの他端に連結する。反応管11の右側に設けたガス導入部の構成は他の実施例と同様である。

【0036】図5は、図3に示した本発明による製造装置の第3の実施例および



図 4 に示した第 4 の実施例においてサファイア基板の上に AlN 膜を形成する場合の成膜速度を、従来の製造装置における成膜速度と対比して示すグラフであり、成膜条件はほぼ同じとした。従来の製造装置での成膜速度は  $0.5 \mu\text{m/hr}$  であるのに対し、反応管内壁の基板と対向する部分および基板の上流側部分を直接冷却する第 3 の実施例ではほぼ  $1 \mu\text{m/hr}$  であり、反応管内壁のほぼ全体を直接冷却する第 4 の実施例ではほぼ  $1.2 \mu\text{m/hr}$  と高くなっており、本発明による製造装置によれば効率良く成膜を行うことができることが分かる。

【0037】図 6 は、図 4 に示した本発明による製造装置の第 4 の実施例において、3 インチウエファに AlN 膜を成膜したときの膜厚の分布を示すグラフである。なお、横軸の 0 点はウエファの中心を示し、この中心からの距離を mm で示すものであり、縦軸は膜厚をオングストローム単位で示すものである。本発明の製造装置によれば、面積の大きな 3 インチウエファを採用する場合にもウエファ内の膜厚の変動は 1.8% 程度に抑えられており、膜厚の均一な AlN 膜が成膜できることが分かる。

【0038】本発明は上述した実施例にのみ限定されるものではなく、幾多の変更や変形が可能である。例えば、上述した実施例では、基板の上に AlN 膜を成膜したり、アルミリッチな  $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$  (ただし  $x+y+z=1$ ,  $x>0.5$ ,  $y\geq 0$ ,  $z\geq 0$ ) 膜を成膜する場合に有利に適用することができるが、一般に  $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$  (ただし  $x+y+z=1$ ,  $x\geq 0$ ,  $y\geq 0$ ,  $z\geq 0$ ) 膜を成膜する場合に適用することができる。また基板は、サファイア ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) に限定されるものではなく、SiC,  $\text{NdGaO}_3$ ,  $\text{LiGaO}_3$ , ZnO, MgO または  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  の単結晶基板とするか、サファイア基板本体の表面に ZnO 膜をエピタキシャル成長させた基板とすることができる。

【0039】さらに、上述した第 4 の実施例では、石英より成る反応管 11 の外周面にステンレス鋼より成る冷却ジャケット 51 および 52 を接触するように配置したが、この反応管の一部を冷却ジャケットで構成することもできる。同様に、第 1 ～ 第 3 の実施例において、反応管を石英で形成し、その外周面に冷却ジャケットを接触するように配置することもできる。

【0040】上述したように、本発明による IIIIV 族窒化物膜の製造方法および製造装置によれば、原料ガスと直接接触する反応管内壁部分を直接冷却するように

したので、原料ガスの温度は低下し、気相反応を抑えることができ、したがって成膜は効率よく行なわれ、成膜速度を上げることができ、特異に気相反応の激しいトリメチルアルミニウムガスを原料ガスとしてAlN膜を成膜したり、アルミリッチな $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ ,  $x>0.5$ ,  $y\geq 0$ ,  $z\geq 0$ )膜を成膜する場合に有利である。また、反応管内壁の基板と対向する部分を冷却するようにしたので、この部分に金属窒化物が堆積されることが抑止され、したがって基板上に成膜される金属窒化膜の特性は良好なものとなる。

【0041】さらに、本発明においては、反応管の一部を石英で形成し、他の部分を冷却機能を有する金属、例えばステンレス鋼で形成した複合構造とする場合には、製造は容易となり、コストを下げることもできると共にメンテナンスも容易となり、ランニングコストを下げることもできる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明によるIIIV族窒化物膜の製造装置の第1の実施例の構成を線図的に示す断面図である。

【図2】本発明によるIIIV族窒化物膜の製造装置の第2の実施例の構成を線図的に示す断面図である。

【図3】本発明によるIIIV族窒化物膜の製造装置の第3の実施例の構成を線図的に示す断面図である。

【図4】本発明によるIIIV族窒化物膜の製造装置の第4の実施例の構成を線図的に示す断面図である。

【図5】本発明による製造装置の成膜速度を従来の装置と対比して示すグラフである。

【図6】本発明による製造装置における3インチウエファ内の膜厚分布を示すグラフである。

#### 【符号の説明】

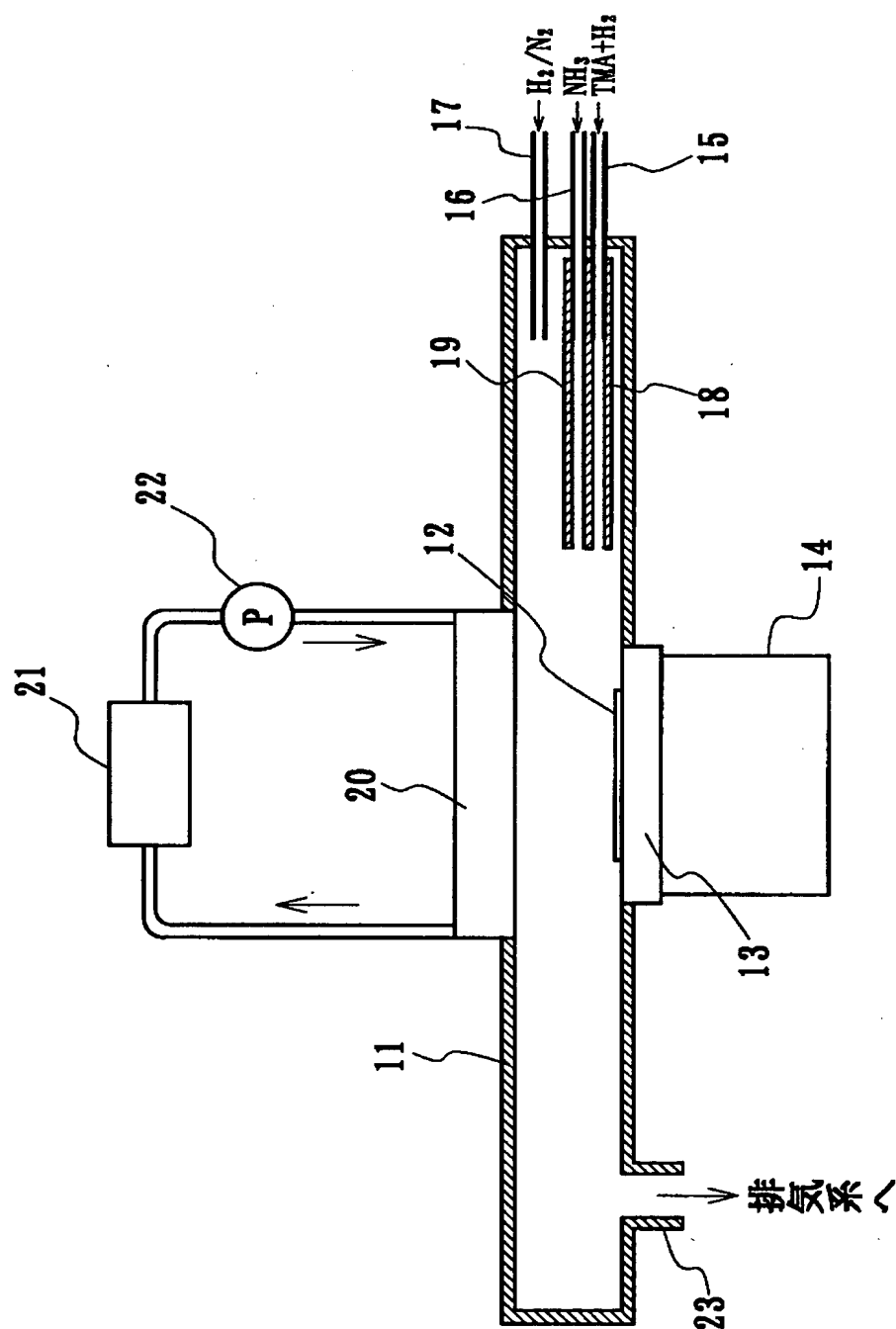
11 反応管、 12 基板、 13 サセプタ、 14 加熱装置、 15、  
16、17、44 ガス導入管、 18、19 ガイド管、 20、30、41  
～43、51、52 冷却ジャケット、 21、31、53、55 冷却媒体温度制御装置、  
22、32、54、56 ポンプ、 23 排気ダクト、 40

特2000-3,77547

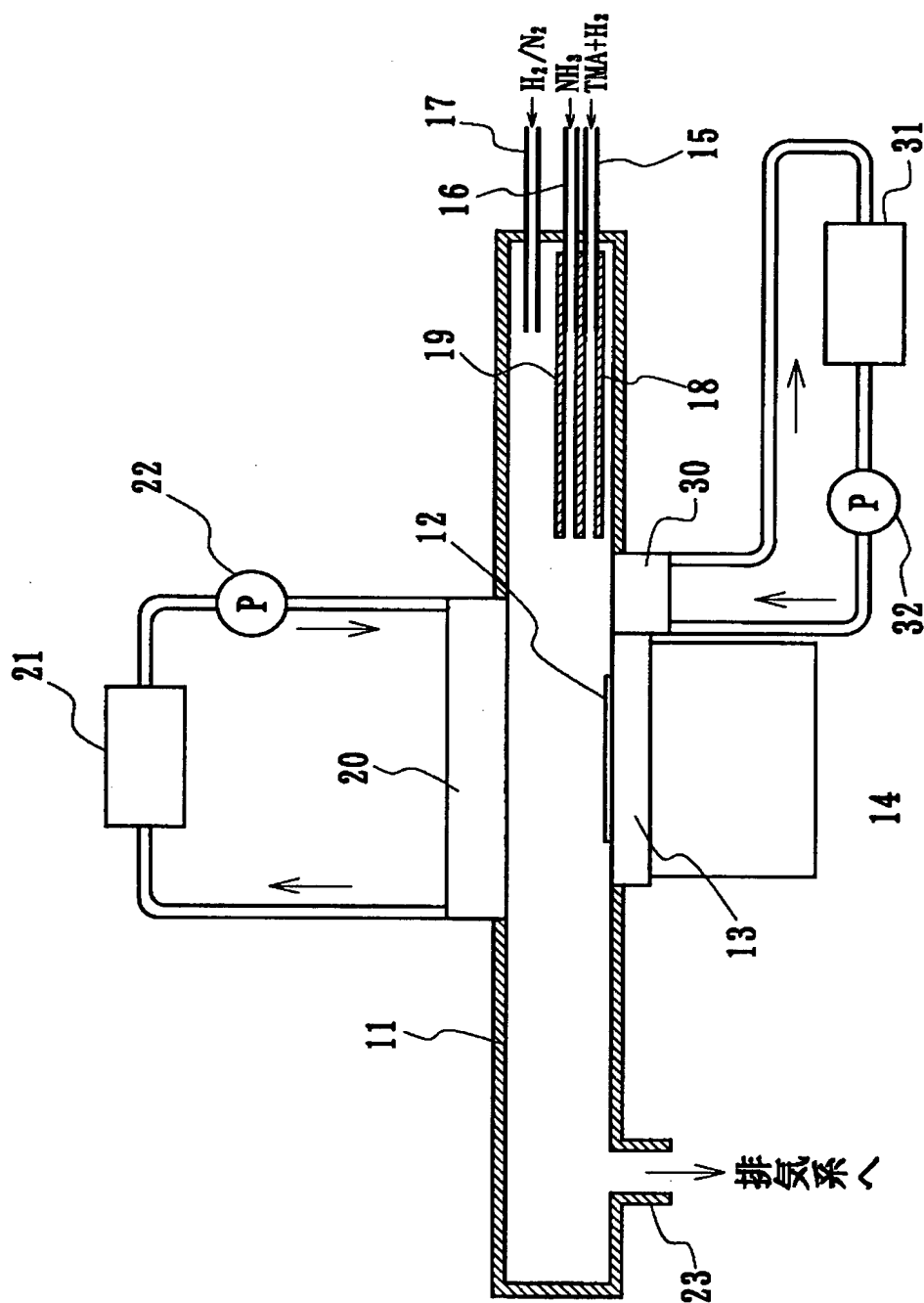
ハウジング

【書類名】 図面

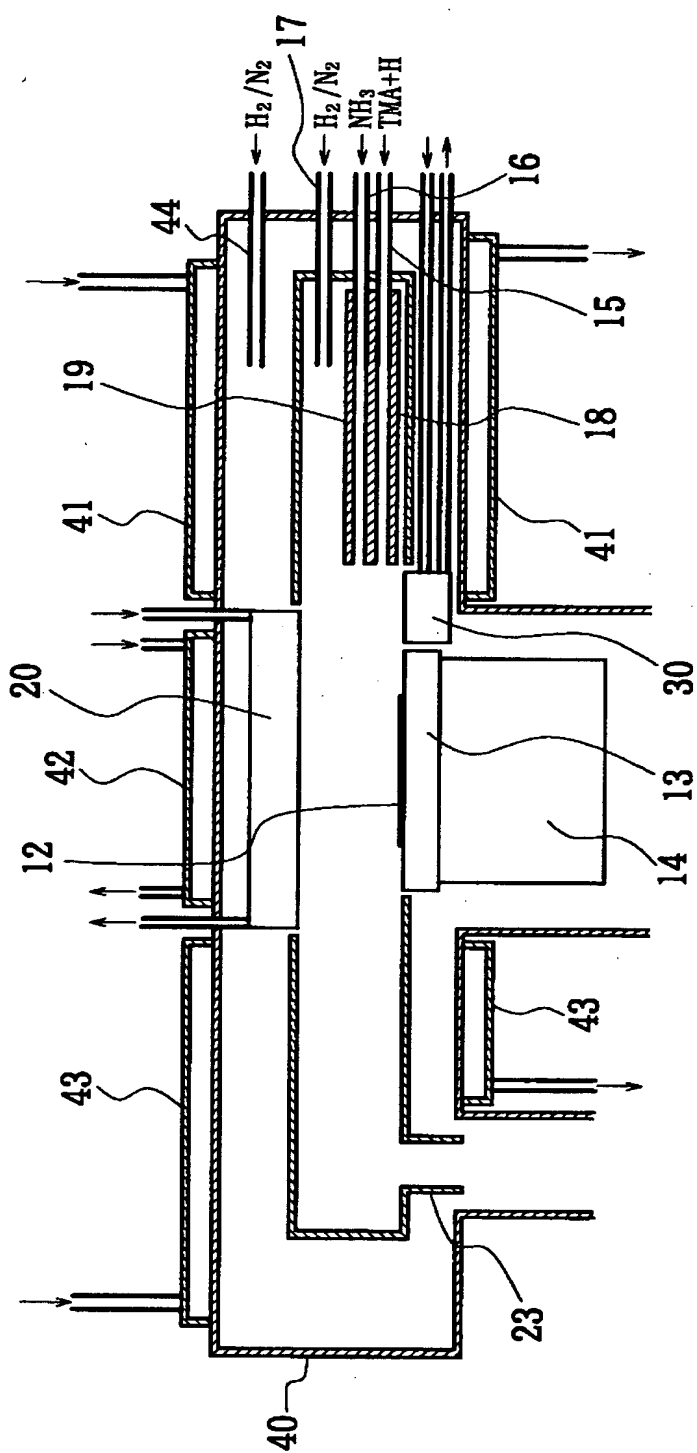
【図 1】



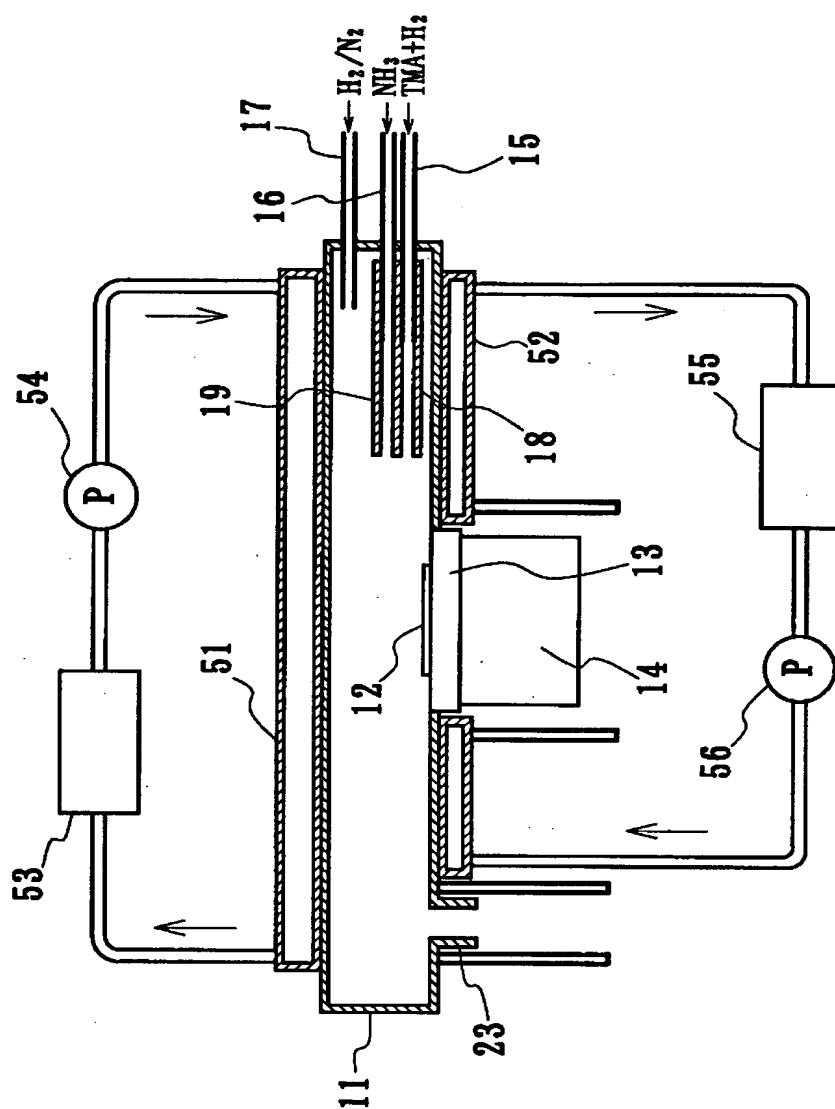
【図 2】



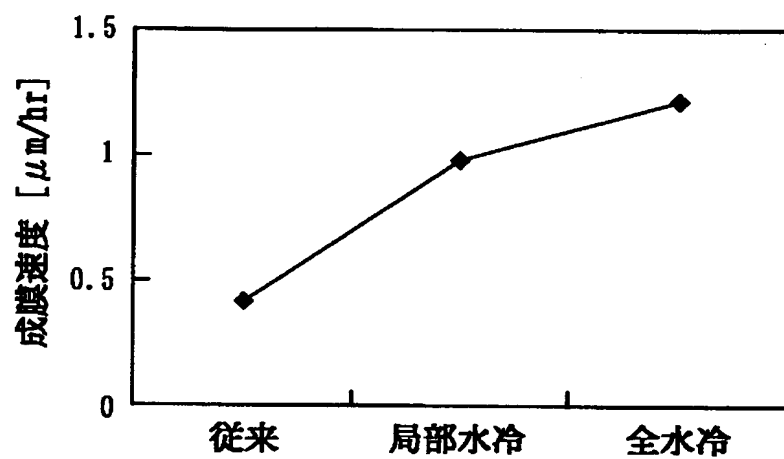
【図 3】



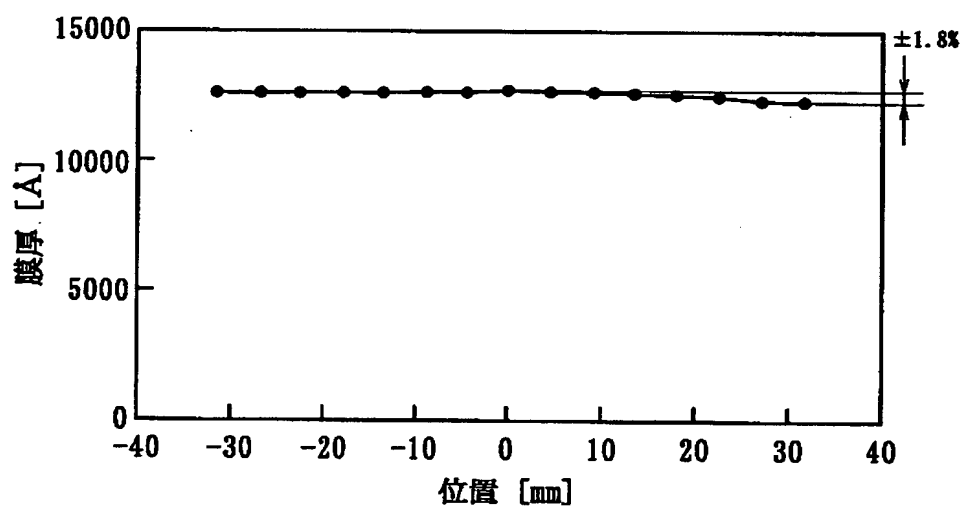
【図 4】



【図 5】



【図 6】





【書類名】            要約書

【要約】

【課題】 MOCVD法によって特性が良好な $\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_z\text{N}$ (ただし $x+y+z=1$ 、 $x \geq 0$ 、 $y \geq 0$ 、 $z \geq 0$ )膜を高い成膜速度で効率よく、基板内膜厚の変動を抑えてエピタキシャル成長させるIIIIV族窒化物膜の製造方法および装置を提供する。

【解決手段】 水平に配置された石英より成る反応管 1 1 の中央にサセプタ 1 3 を介して加熱される基板 1 2 を配置し、反応管中央部の内壁の、基板と対向する部分に冷却ジャケット 2 0 を配置し、この冷却ジャケットを経て所定の温度に制御された冷却媒体を循環させる。反応管 1 1 内に導入される原料ガスの温度を下げて気相反応を抑止し、基板と対向する反応管内壁部分内部の温度を下げてここに金属窒化物が堆積されるのを抑止することにより、良好な特性を有する金属窒化物膜を高い成膜速度で、均一に成膜できる。

【選択図】            図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004064]

1. 変更年月日	1990年 8月24日
[変更理由]	新規登録
住 所	愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
氏 名	日本碍子株式会社